

[First Hit](#) [Previous Doc](#) [Next Doc](#) [Go to Doc#](#)

End of Result Set

☐ [Generate Collection](#) [Print](#)

L7: Entry 2 of 2

File: DWPI

Jul 20, 1995

DERWENT-ACC-NO: 1995-247212

DERWENT-WEEK: 199533

COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Particle-contg. aq. sample analysis method - allows analysis of large sample quantity esp. for organic carbon determination

INVENTOR: BOSCHMANN, W ; KUPKA, H ; POHL, S ; RUNKEL, T ; SIEPER, H

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

CODE

ELEMENTAR ANALYSENSYSTEME GMBH

ELEMN

PRIORITY-DATA: 1994DE-4412778 (April 18, 1994)

[Search Selected](#)[Search ALL](#)[Clear](#)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<input type="checkbox"/> DE 4412778 C1	July 20, 1995		007	G01N031/12

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
DE 4412778C1	April 18, 1994	1994DE-4412778	

INT-CL (IPC): G01N 31/12

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 4412778C

BASIC-ABSTRACT:

Analysis (esp. organic carbon determination) of a particle-contg. aq. sample involves sample injection and combustion in a first combustion space, combustion gas interaction with a catalyst associated with a second combustion space, water sepn. and gas feed to a detector. The novelty is that analysis of a quantity (esp. greater than 1 ml) of an aq. sample is carried out by (a) injecting a unit amount of sample into a vertically extending combustion space; (b) switching on a heater, associated with this first combustion space, to effect heating to 10000 C and evapn. and combustion of the sample, followed by switching off the heater after complete combustion of the sample and cooling the combustion space; and (c) subjecting the combustion gases to heat treatment at 800-9500 C during passage through a catalyst arranged in a second horizontally extending combustion space. Also claimed is an appts. for carrying out the above process.

ADVANTAGE - The process allows analysis of larger sample quantities without the

need for slow dripping of the sample into the combustion space to avoid explosive deflagration.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.1/2

TITLE-TERMS: PARTICLE CONTAIN AQUEOUS SAMPLE ANALYSE METHOD ALLOW ANALYSE SAMPLE QUANTITY ORGANIC CARBON DETERMINE

DERWENT-CLASS: E19 J04 S03

CPI-CODES: E10-J02D; E11-Q03N; J04-C01;

EPI-CODES: S03-E09B;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M3 *01*

Fragmentation Code

M210 M211 M212 M213 M214 M215 M216 M220 M221 M222

M223 M224 M225 M226 M231 M232 M233 M320 M416 M424

M610 M620 M740 M750 M903 M904 N102 N441 N515

Specific Compounds

90120A

Chemical Indexing M3 *02*

Fragmentation Code

A429 A940 C108 C550 C730 C801 C802 C803 C804 C805

C807 M411 M730 M903 M910 Q421

Registry Numbers

1549S

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 1549S

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1995-113464

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N1995-191995

[Previous Doc](#)

[Next Doc](#)

[Go to Doc#](#)



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Patentschrift
⑩ DE 44 12 778 C 1

⑤1 Int. Cl.⁶:
G 01 N 31/12

②1 Aktenzeichen: P 44 12 778.2-52
②2 Anmeldetag: 18. 4. 94
④3 Offenlegungstag: —
④5 Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 20. 7. 95

DE 44 12 778 C 1

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑦3 Patentinhaber:
Elementar Analysensysteme GmbH, 63452 Hanau,
DE
⑦4 Vertreter:
Grimm, E., Dipl.-Phys., Pat.-Anw., 63450 Hanau

⑦2 Erfinder:
Kupka, Hans-Joachim, 63543 Neuberg, DE; Pohl,
Sabine, 63457 Hanau, DE; Sieper, Hans-Peter, Dr.,
63571 Gelnhausen, DE; Runkel, Tilo, 63517
Rodenbach, DE; Boschmann, Werner, Dr., 68159
Mannheim, DE

⑤6 Für die Beurteilung der Patentfähigkeit
in Betracht gezogene Druckschriften:
DE 35 38 778 C2
DE 35 40 659 A1

⑤4 Verfahren und Vorrichtung zur Analyse einer wässrigen Probe

⑤7 Es ist ein Verfahren zur Analyse einer Partikel enthalten-
den, wässrigen Probe, insbesondere zur organischen Kohlen-
stoffbestimmung, bekannt, wobei die Probe in einen Ver-
brennungsraum eingespritzt wird und verbrannt wird und
dann die Verbrennungsgase in Wechselwirkung mit einem
Katalysator, der einem Verbrennungsraum zugeordnet ist,
gebracht werden, anschließend das Wasser abgeschieden
und das Gas einem Detektor zugeführt wird. Um ein solches
Verfahren weiterzubilden, wird zur Analyse einer Menge
einer wässrigen Probe, insbesondere größer 1 ml, die Probe
in den Verbrennungsraum, der im wesentlichen vertikal
verläuft, als Probenmengeneinheit eingespritzt, eine diesem
ersten Verbrennungsraum zugeordnete Heizeinrichtung ein-
geschaltet, auf etwa 1000°C aufgeheizt und die Probe in
diesem ersten Verbrennungsraum verdampft und verbrannt
und nach dem vollständigen Verbrennen der Probe die
Heizeinrichtung des ersten Verbrennungsraums abgeschal-
tet und der Verbrennungsraum abgekühlt, und werden die
Verbrennungsgase beim Durchlaufen des Katalysators, der
einem zweiten, im wesentlichen horizontal verlaufenden
Verbrennungsraum zugeordnet ist, einer Wärmebehandlung
unter etwa 800°C bis 950°C unterworfen. Weiterhin wird ein
Analysegerät angegeben, mit dem dieses Verfahren durch-
führbar ist.

DE 44 12 778 C 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Analyse einer Partikel enthaltenden, wäßrigen Probe, insbesondere zur organischen Kohlenstoffbestimmung, wobei die Probe in einen ersten Verbrennungsraum eingespritzt wird und verbrannt wird und dann die Verbrennungsgase in Wechselwirkung mit einem Katalysator, der einem zweiten Verbrennungsraum zugeordnet ist, gebracht werden, anschließend das Wasser abgeschieden und das Gas einem Detektor zugeführt wird.

Weiterhin betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens mit einem horizontalen Aufnahme- und/oder Verweilraum, der mindestens teilweise von einer Heizeinrichtung umgeben ist, wobei in den Aufnahme- und/oder Verweilraum ein Verbrennungs-Rohr eingeschoben ist, das aus dem Aufnahme- und/oder Verweilraum nach außen vorsteht, wobei das Verbrennungsrohr einen Trägergasanschluß aufweist und mit einem Katalysator/Absorptionsmittel im Bereich der Heizeinrichtung gefüllt ist.

Ein Verfahren zur Analyse, wie es vorstehend angegeben ist, sowie ein Analysengerät hierfür ist beispielsweise in der DE-PS 35 40 659 angegeben. Diese Druckschrift beschreibt insbesondere ein Verbrennungsrohr aus Quarzglas für eine Verbrennungsapparatur zur Bestimmung des Gehaltes an einem oder mehreren der Elemente wie C, H, O, N, in flüssigen Proben mit einem Quarzglas-Vorverdampfungs- und Vorverbrennungsstutzen, der eine die Probenflüssigkeit aufnehmende Füllung enthält. An den Vorverdampfungsstutzen schließt sich ein Nachverbrennungsraum an, der mit einem Oxidations-Katalysator, beispielsweise Kupferoxid, gefüllt ist. Der Vorverdampfungsstutzen ist mit einem Einspritzkopf verschlossen, über den die Probe eingespritzt werden kann und der darüberhinaus einen Anschlußstutzen zur Zuführung eines Trägergases und Sauerstoffs in den Verbrennungsraum aufweist. Der Druckschrift ist zu entnehmen, daß der Vorverdampfungsstutzen über eine Heizwendel im Bereich von 1000°C beheizt wird. Um den Vorverdampfungsstutzen gegen die aggressiven, in der Probe enthaltenen Bestandteile, die beim Verbrennen frei werden, zu schützen, wird eine hülsenförmige Patrone als Einwegartikel in den Stutzen eingesetzt. Nach dem Verdampfen der Probe werden die Verdampfungsbestandteile in dem Trägergasstrom zu einem Nachverbrennungsraum zugeführt, der mit dem Oxidationskatalysator gefüllt ist, und anschließend in einem Detektor/Analysator in ihren Bestandteilen bestimmt. Diese Verbrennungsapparatur zur Bestimmung des Gehaltes einer oder mehrerer Elemente in flüssigen Proben ist dann problematisch, wenn größere Mengen der flüssigen Probe in den Vorverdampfungsstutzen als Einheit eingebracht werden. In diesem Fall tritt in dem Vorverdampfungsstutzen, der auf eine Temperatur von 1000°C aufgeheizt ist, eine explosionsartige Verpuffung der Probe auf, die die gesamte Apparatur sehr stark belastet, insbesondere dann, wenn die Probenmengeneinheit in der Größe von 1/ml und mehr liegt.

Das Problem der Analyse von großen Substratmengen wird in der DE-PS 35 38 778 angesprochen. Dort wird ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Stickstoffbestimmung einer Probe angegeben, wobei die Probe in Form einer relativ großen Probenmenge vorliegt, d. h. in einer Menge von einem bis zwei Gramm bei einer mittleren Schüttdichte von 0,2 g/cm³.

Diese Druckschrift behandelt insbesondere das Verbrennen von festen Proben, wobei das Problem der ex-

plosionsartigen Verpuffung dadurch gelöst wird, daß die Verbrennung der festen Probe in einem Tiegel erfolgt der in der Verbrennungszone, die durch eine fest installierte Heizeinrichtung umgeben ist, positioniert wird und vor der eigentlichen Verbrennungszone ein Vorverbrennungsstutzen angeordnet ist, der durch eine zusätzliche Hilfsheizung beheizt wird, die zu dem Tiegel mit der festen Probe hin verschoben werden kann. Durch diese Hilfsheizung kann die Eingangsseite des Verbrennungsrohrs beheizt werden, darüberhinaus kann eine Verschiebung dieser Vorheizzone zu der Stelle hin, an der die Probe verbrannt wird, vorgenommen werden mit dem Zweck, daß die bei der Verbrennung entstehende Gaswolke begrenzt wird.

Die DE-OS 4 23 159 beschreibt ein Verfahren zur Analyse einer organischen Probe insbesondere hinsichtlich ihrer Stickstoff-, Kohlendioxid- und Schwefeldioxid-Bestandteile. Konkretere Ausführungen über die Art und Weise, in der die Probe verbrannt wird, sind nicht vorhanden.

Ausgehend von dem vorstehend angegebenen Stand der Technik liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Analysieren einer Partikel enthaltenden, wäßrigen Probe anzugeben, die es ermöglicht, größere Probenmengen zu analysieren, die in einer Probenmengeneinheit unmittelbar in den Verbrennungsraum eingegeben werden können, und zwar in einer Menge insbesondere größer als 1/ml, so daß diese Probenmenge nicht, wie dies nach dem Stand der Technik der Fall ist, über einen längeren Zeitraum in den Verbrennungsraum eingetroppt werden müssen, um eine Verpuffung zu vermeiden.

Die vorstehende Aufgabe wird verfahrensgemäß, ausgehend von dem eingangs angegebenen Stand der Technik, dadurch gelöst, daß zur Analyse einer Menge einer wäßrigen Probe, insbesondere größer 1 ml, die Probe in den Verbrennungsraum als Probenmengeneinheit eingespritzt wird, eine diesem ersten Verbrennungsraum zugeordnete Heizeinrichtung eingeschaltet, auf etwa 1000°C aufgeheizt und die Probe in diesem ersten Verbrennungsraum verbrannt wird und nach dem vollständigen Verbrennen der Probe die Heizeinrichtung des ersten Verbrennungsraums abgeschaltet und der Verbrennungsraum abgekühlt wird, und daß die Verbrennungsgase beim Durchlaufen des Katalysators, der dem zweiten Verbrennungsraum zugeordnet ist, einer Wärmebehandlung im Bereich von 800°C bis 950°C unterworfen werden.

Vorrichtungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß das Verbrennungsrohr (4) ein L-förmiges Verbrennungsrohr ist, wobei der eine Schenkel in den Aufnahme- und/oder Verweilraum eingesetzt und der andere Schenkel außerhalb des Aufnahme- und/oder Verweilraums senkrecht nach oben verläuft, und daß dem nach außen vorstehenden Verbrennungsrohr eine Außenheizeinrichtung zugeordnet ist, die unabhängig von der Heizeinrichtung des Aufnahme- und/oder Verweilraums regelbar ist.

Mit den angegebenen Verfahrensmerkmalen bzw. der angegebenen Vorrichtung wird eine dynamische Verbrennung vorgenommen, d. h. die Flüssigkeiten werden in den unbeheizten oder nur gering beheizten ersten Verbrennungsraum in einer Menge größer 1/ml eingegeben und erst dann wird die Heizeinrichtung des ersten Verbrennungsraums auf etwa 1000°C aufgeheizt und dort verbrannt. Die Heizeinrichtung kann dynamisch geregelt werden, d. h. die Aufheizung erfolgt derart, daß sie unterhalb der Verpuffungstemperatur der flüssigen Probenmenge gehalten wird. Nachdem die

flüssige Probe verdampft bzw. verbrannt und der zweiten Heizeinrichtung zugeführt ist, wird die erste Heizeinrichtung abgeschaltet und der Verbrennungsraum abgekühlt, um ihn für das Einspritzen einer nächsten Probenmengeneinheit in der Größenordnung von größer einem 1 ml vorzubereiten. Dies ist deshalb wesentlich, da solche Analysatoren für Analyseserien von beispielsweise 100 Einzelproben eingesetzt werden, im Rahmen derer die einzelnen Probenmengen, eine nach der anderen, analysiert werden. Hierzu ist es jeweils erforderlich, den Verbrennungsraum wieder so abzukühlen, daß keine Verpuffung der nächsten, eingespritzten Probenmengeneinheit erfolgt. Die Verbrennungstemperatur kann so von Probe zu Probe wieder auf etwa 1000°C in dem ersten Verbrennungsraum, der die wäßrige Probenmenge aufnimmt, aufgeheizt werden, während die Verbrennungsgase beim Durchlaufen des Katalysators, der dem zweiten Verbrennungsraum zugeordnet ist, einer Wärmebehandlung im Bereich von 800°C bis 950°C unterworfen wird. Die Heizeinrichtung des ersten Verbrennungsraums kann beispielsweise mikroprozessorgesteuert geregelt werden aufgrund von den zu analysierenden Probenmengen zugeordneten, gespeicherten Aufheizkurven, die in einem Festwertspeicher gespeichert werden können. Dadurch, daß die Verbrennungsgase im Bereich des ersten Verbrennungsraums im wesentlichen vertikal und im Bereich des zweiten Verbrennungsraums im wesentlichen horizontal geführt werden, berühren die eingespritzten Flüssigkeiten keine Wände des senkrechten Verbrennungsrohrs, wo sie auskondensieren könnten. Außerdem bietet die vertikale Einspritzung in den zunächst kalten, ersten Verbrennungsraum, der eine Temperatur von maximal 100°C aufweist, den Vorteil, daß in diesem senkrechten Bereich keine Totvolumina vorhanden sind, während in dem waagrechten Teil eine gleichmäßige Durchströmung des zweiten Verbrennungsraums, in dem der Katalysator beispielsweise in Form von Kupferoxid vorliegt, erfolgt. Zusätzlich ist durch diese Anordnung eine einfache Möglichkeit gegeben, den Ofen zur Analyse von feststoffproben umzurüsten, wozu der erste, durch ein senkrecht verlaufendes Quarzglasrohr gebildete Verbrennungsraum, nicht erforderlich ist.

Um schnellere Analysezyklen zwischen den einzelnen Proben einer Serie von wäßrigen Probenmengen zu erzielen, wird der Verbrennungsraum zwangsgekühlt, wozu ein Kühlluftstrom eingesetzt werden kann, der vorrichtungsgemäß durch ein Gebläse erzeugt wird, das Kühlluft unmittelbar dem ersten Verbrennungsraum zuführt, nachdem die Probe verbrannt und die dem ersten Verbrennungsraum zugeordnete Heizeinrichtung abgeschaltet ist. Weiterhin können mit einem solchen Kühlluftstrom der Beheizung des Verbrennungsraums überlagerte Temperaturprofile eingestellt werden, beispielsweise in einem solchen Fall, in dem eine Überlastung der dem zweiten Verbrennungsraum nachgeschalteten Detektor festgestellt wird oder der Katalysator durch Alterung unterhalb seines anfänglichen Wirkungsgrads arbeitet.

Wie bereits vorstehend erwähnt ist, kann durch die voneinander unabhängige Regelung der dem ersten Verbrennungsraum zugeordneten Heizeinrichtung und der dem zweiten Verbrennungsraum zugeordneten Heizeinrichtung sowie der zusätzlichen Regelung über das Gebläse eine fein abgestimmte Einstellung des Temperaturprofils in der gesamten Anordnung, d. h. eine dynamische Einstellung und Regelung des Temperaturablaufs in dem Analysengerät, erzielt werden.

Als Gebläse eignet sich beispielsweise ein einfaches, handelsübliches Radialgebläse, das an der Außenseite des ersten Verbrennungsraums unmittelbar befestigt werden kann.

Die Erfindung wird im folgenden anhand eines in den Figuren dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Es zeigt

Fig. 1 einen Seitenaufriß im Schnitt eines Ofenteils eines Analysengeräts mit Einspritzkopf, erstem Verbrennungsraum und zweitem Verbrennungsraum, und

Fig. 2 das Temperaturprofil in dem Analysengerät während der Verbrennung einer wäßrigen Probe, und zwar im Bereich des ersten Verbrennungsraums.

Der Ofenteil, wie er in Fig. 1 dargestellt ist, umfaßt einen Isolationskörper 1 mit einem Aufnahmeraum 2 in Form einer zylindrischen Bohrung, deren Achse 3 horizontal verläuft. In diesen Aufnahmeraum 2 ist ein L-förmiges Quarzglasrohr 4 mit seinem langen Schenkel 5 eingeschoben, während der kurze Schenkel 6 so ausgerichtet ist, daß seine Achse 7 vertikal verläuft und er nach oben weist. Der kurze Schenkel 6 ist an seinem oberen, freien Ende mit einem Einspritzkopf 8 verschlossen, der mit einem Gasanschluß 9 verbunden ist und zum anderen einer Probeneinspritzöffnung 10. In dem mittleren Bereich des kurzen Schenkels 6 ist das Quarzglasrohr 4 mit einer ersten, elektrischen Heizeinrichtung 11 umgeben, wobei im Bereich dieser Heizeinrichtung 11 ein erster Verbrennungsraum 12 festgelegt ist. Innerhalb des langen Schenkels 5 des Quarzglasrohrs 4 ist eine zweite, elektrische Heizeinrichtung 13 um das Quarzglasrohr 4 herum angeordnet, die einen zweiten Verbrennungsraum 14 festlegt. Das freie Ende des langen Schenkels 5 des Quarzglasrohrs 4 ist mit einem Anschluß 15 versehen, der strömungsmäßig mit einem nicht dargestellten Detektor verbunden ist.

Die erste, elektrische Heizeinrichtung 11 und die zweite, elektrische Heizeinrichtung 13 sind getrennt voneinander in ihrer Heizleistung regelbar.

Der erste Verbrennungsraum 12 bzw. der vertikal verlaufende, kurze Schenkel 6 des Quarzglasrohrs 4 ist mit Abstand durch ein Gehäuse 16 umgeben, an dessen Seitenwand 17 ein Radial-Gebläse 18 befestigt ist, das in Richtung der Pfeile 19 Kühlluft auf das Quarzglasrohr 4 bzw. die erste Heizeinrichtung 11 zuführt. Die Luft kann über eine Austrittsöffnung 20 an der Unterseite des Gehäuses 16 austreten.

Diese Vorrichtung ist insbesondere zur organischen Kohlenstoffbestimmung einer Partikel enthaltenden, wäßrigen Probe, wie beispielsweise Proben aus Abwässern und Schlammern, mit einer Probenmengeneinheit größer 1/ml geeignet. Um eine solche Probenmengeneinheit zu analysieren, wird 1 bis 2 ml wäßrige Probe über die Probeneinspritzöffnung 11 in den Bereich des ersten Verbrennungsraums 12 über eine sehr kurze Zeit, die bei 2 ml einer wäßrigen Probe, die manuell eingespritzt wird, etwa 2 Sekunden betragen kann, eingegeben. Die Temperatur des ersten Verbrennungsraums 12 beträgt bei der Einspritzung etwa 100°C, wobei die dem ersten Verbrennungsraum 12 zugeordnete, erste Heizeinrichtung 11 abgeschaltet oder so eingestellt ist, daß diese Temperatur von 100°C nicht überschritten wird. Anschließend wird über die erste Heizeinrichtung 11 die Temperatur im Verbrennungsraum 12 langsam zunächst auf 250°C aufgeheizt, um das Wasser, das in der Probe ist, zu verdampfen, wozu etwa 15 Sekunden benötigt werden. Nach einer kurzen Haltezeit bei etwa 250°C, wie dies auch in dem Temperatur-Zeit-Dia-

gramm der Fig. 2 dargestellt ist, wird die Temperatur des Verbrennungsraums auf etwa 1000°C erhöht und die Probe bei dieser Temperatur über ca. 60 Sekunden vollständig verbrannt. Danach wird der erste Verbrennungsraum abgekühlt, wozu das Gebläse 18 erzeugt, wird eine relativ schnelle Abkühlung erzielt, wie dies ebenfalls in dem Diagramm der Fig. 2 zu sehen ist. Während der Verbrennung wird ausreichend Sauerstoff und Trägergas über den Gasanschluß 9 dem Verbrennungsraum 12 zugeführt. Der Trägergasstrom führt die Verbrennungsprodukte dem zweiten Verbrennungsraum 14 zu, der eingangsseitig, d. h. etwa im Bereich der Übergangsstelle zwischen dem kurzen Schenkel 6 und dem langen Schenkel 5 des Quarzglasrohrs, mit Silberwolfe und anschließend mit Kupferoxid als Katalysator befüllt ist. Als Katalysator wird vorzugsweise Kupferoxid eingesetzt. Dieses Kupferoxid dient als Reduktionsmittel. Die Reaktionsgase werden dann aufbereitet und einem Detektor bzw. einer Detektoreinrichtung zugeführt, wie dies nach dem Stand der Technik bekannt ist.

Die Anordnung bietet den Vorteil, daß die Heizeinrichtung, die dem ersten Verbrennungsraum 12 zugeordnet ist, den verschiedenen Proben und Probenmengen angepaßt und dynamisch geregelt werden kann. So ist es möglich, die Temperatur erst dann über 100°C anzuheben, wenn die sehr große, wäßrige Probenmenge als Probenmengeneinheit, d. h. in einer Menge von bis zu 2 ml, in den Verbrennungsraum eingespritzt ist; eine Temperaturerhöhung danach auf eine Verdampfungs- bzw. Verbrennungstemperatur von etwa 1000°C ist unkritisch. Auf diese Weise tritt keine Verpuffung dieser sehr großen Probenmenge auf. Nachdem die Probenmenge in dem ersten Verbrennungsraum 12 vollständig verdampft bzw. verbrannt und durch den Trägergasstrom abgeführt ist, kann die erste Heizeinrichtung 11 abgeschaltet bzw. zwangsgeköhlt werden, um den ersten Verbrennungsraum 12 wieder auf eine Temperatur von etwa 100°C abzukühlen, um die Anordnung für die nächste Einspritzung einer großen, wäßrigen Probenmenge vorzubereiten. Auf diese Weise können sehr schnelle Zyklen zwischen einzelnen, zu analysierenden Proben erzielt werden, da üblicherweise solche Analysengeräte für Analysen von 100 Proben und mehr eingesetzt werden, um eine repräsentatives Ergebnis zu mitteln. Gerade durch die großen, einspritzbaren Mengen, die nur durch wiederholtes Abkühlen des ersten Verbrennungsraums 12 nach der Verdampfung bzw. Verbrennung einer Probe eingespritzt werden können, können sehr kurze Analysenzyklen von Probe zu Probe erfolgen.

Die Einstellung und Regelung der ersten Heizeinrichtung 11, die dem ersten Verbrennungsraum 12 zugeordnet ist, sowie des Gebläses 18 kann prozessorgesteuert erfolgen, beispielsweise in Abhängigkeit der Probenmenge oder anderer Werte, die beispielsweise in Speichereinrichtungen eines Mikroprozessors gespeichert bzw. von diesem überwacht werden, oder aber anhand von abgelegten Temperaturprofilen, die in dem ersten Verbrennungsraum 12 bei der entsprechenden Probenmenge und Probenart gefahren werden müssen.

Ein weiterer Vorteil dieser Anordnung ist die vertikale Einspritzung und das Verdampfen und Verbrennen der Probe in dem ersten Verbrennungsraum und die Abführung der verbleibenden Feststoffe der Probe mittels des Trägergasstroms in der vertikalen Richtung, da in diesem vertikalen Verbrennungsrohr keine Totzonen

entstehen, in denen sich Probenbestandteile ansammeln könnten, ohne daß sie durch den Trägergasstrom in den zweiten Verbrennungsraum 14 abgeführt werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Analyse einer Partikel enthaltenden, wäßrigen Probe, insbesondere zur organischen Kohlenstoffbestimmung, wobei die Probe in einen ersten Verbrennungsraum eingespritzt wird und verbrannt wird und dann die Verbrennungsgase in Wechselwirkung mit einem Katalysator, der einem zweiten Verbrennungsraum zugeordnet ist, gebracht werden, anschließend das Wasser abgeschieden und das Gas einem Detektor zugeführt wird, dadurch gekennzeichnet, daß zur Analyse einer Menge einer wäßrigen Probe, insbesondere größer 1 ml, die Probe in den Verbrennungsraum, der vertikal verläuft, als Probenmengeneinheit eingespritzt wird, eine diesem ersten Verbrennungsraum zugeordnete Heizeinrichtung eingeschaltet, auf etwa 1000°C aufgeheizt und die Probe in diesem ersten Verbrennungsraum verdampft und verbrannt wird und nach dem vollständigen Verbrennen der Probe die Heizeinrichtung des ersten Verbrennungsraums abgeschaltet und der Verbrennungsraum abgekühlt wird, und daß die Verbrennungsgase beim Durchlaufen des Katalysators, der dem zweiten, horizontal verlaufenden Verbrennungsraum zugeordnet ist, einer Wärmebehandlung im Bereich von 800°C bis 950°C unterworfen werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der erste Verbrennungsraum zwangsgeköhlt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Verbrennungsraum über einen Kühlluftstrom zwangsgeköhlt wird.

4. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 3 mit einem horizontalen Aufnahme- (2), der mindestens teilweise von einer Heizeinrichtung (13) umgeben ist, wobei in den Aufnahme- (2) ein Verbrennungsrohr (4, 5) eingeschoben ist, das aus dem Aufnahme- (2) nach außen vorsteht, wobei das Verbrennungsrohr (4, 6) einen Trägergasanschluß (9) aufweist und mit einem Katalysator/Absorptionsmittel im Bereich der Heizeinrichtung (13) gefüllt ist, dadurch gekennzeichnet, daß das Verbrennungsrohr (4) ein L-förmiges Verbrennungsrohr (5, 6) ist, wobei der eine Schenkel (5) in den Aufnahme- (2) eingesetzt und der andere Schenkel (6) außerhalb des Aufnahme- (2) senkrecht nach oben verläuft, und daß dem nach außen vorstehenden Verbrennungsrohr (4, 6) eine Außenheizeinrichtung (11) zugeordnet ist, die unabhängig von der Heizeinrichtung (13) des Aufnahme- (2) regelbar ist.

5. Vorrichtung nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß dem außen vorstehenden Verbrennungsrohr (4, 6) ein Gebläse (18) für eine Zwangs- köhlung zugeordnet ist.

6. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der andere, außerhalb des Aufnahme- (2) liegende Schenkel (6) mit Abstand von einem Gehäuse (16) umgeben ist, in das über eine Seitenwand (17) Luft durch das Gebläse (18) eingeblasen wird.

7. Vorrichtung nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, daß die dem Aufnahmeraum (2) zugeordnete Heizeinrichtung (13) und die Außenheizeinrichtung (11) unabhängig voneinander geregelt werden.

5

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

10

15

20

25

30

35

40

45

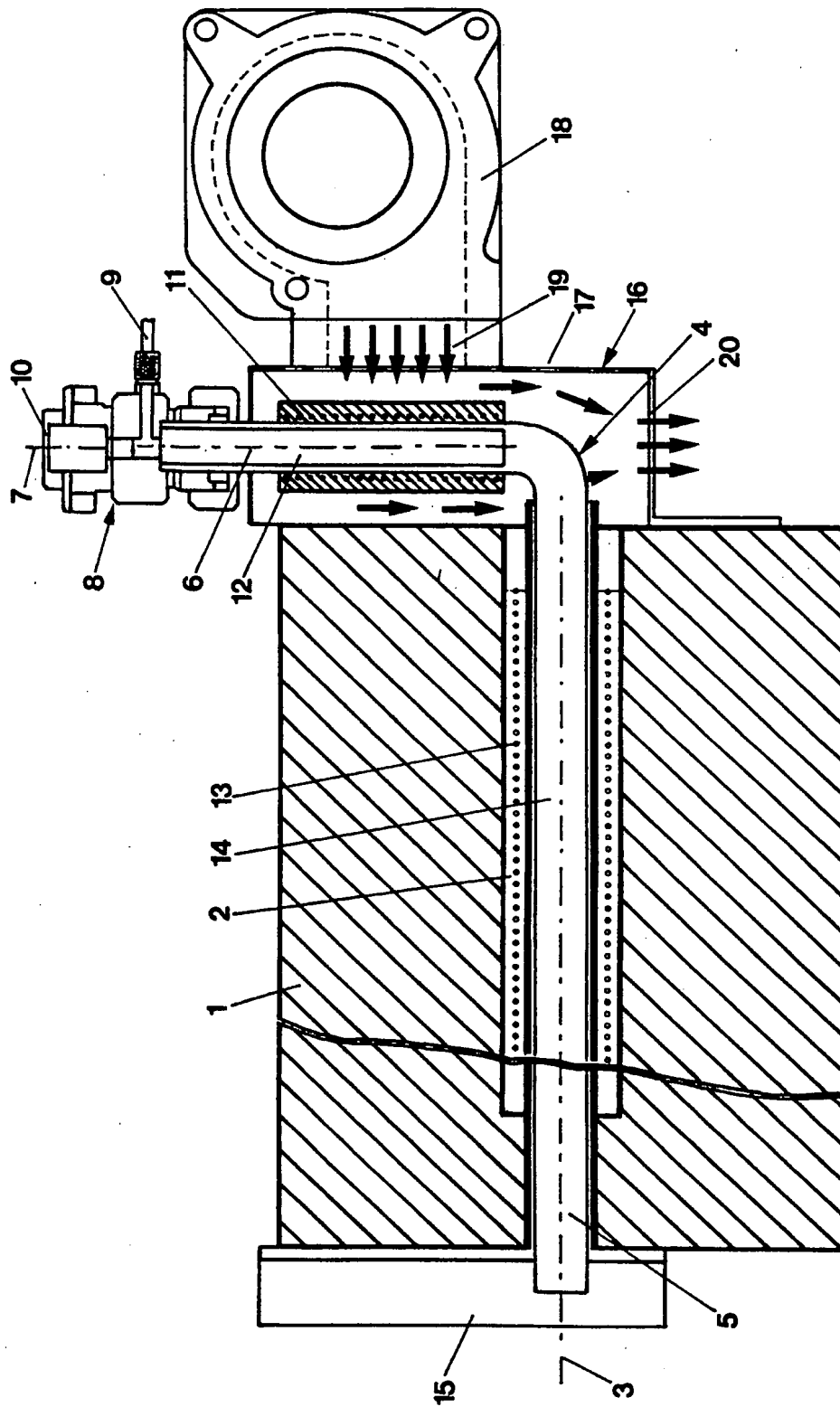
50

55

60

65

- Leerseite -



508 129/307

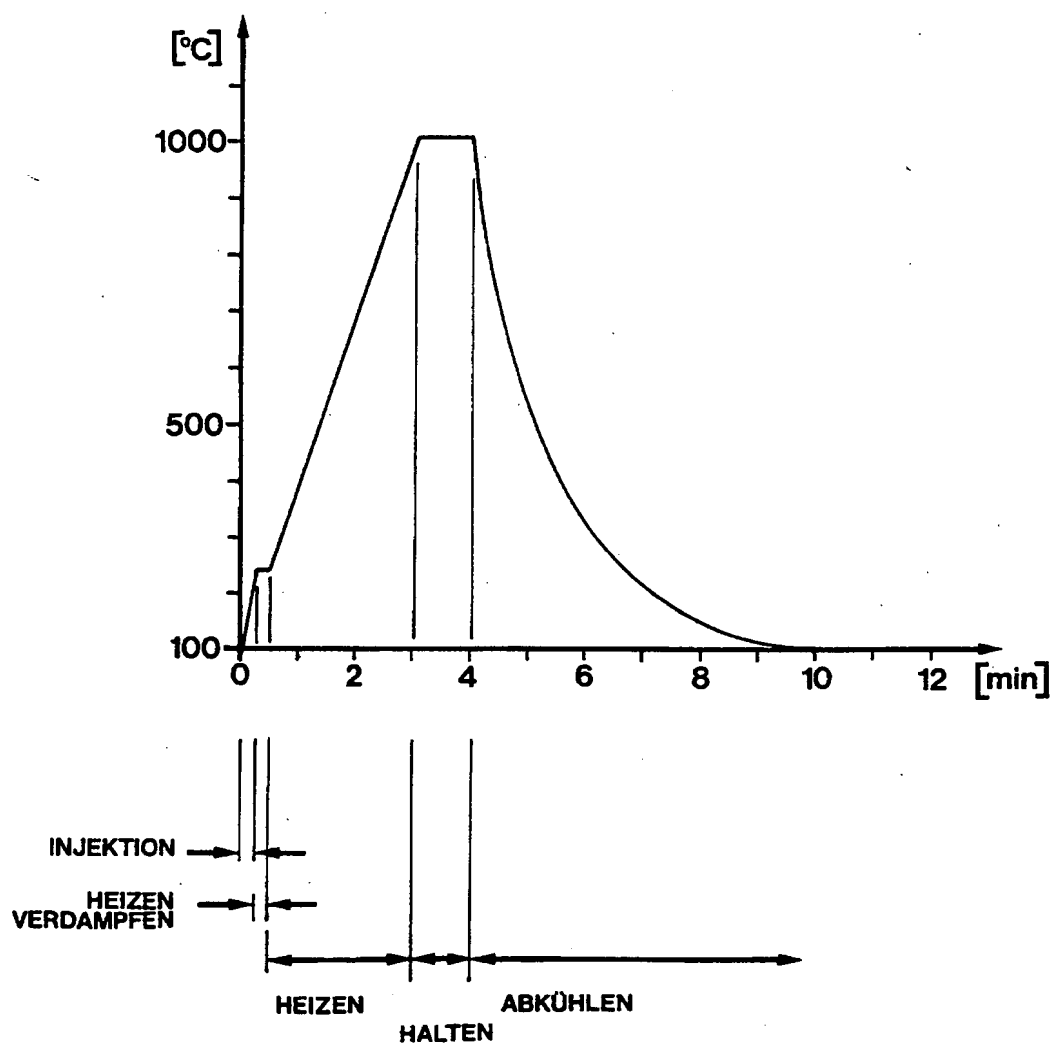


FIG.2